


POLYISOCYANATE COMPOUND AND OPTICAL MATERIAL AND OPTICAL PRODUCTION PRODUCED THEREFROM

Patent Number: JP6065193
Publication date: 1994-03-08
Inventor(s): KITAHARA YOSHITAKA; others: 02
Applicant(s): HOYA CORP
Requested Patent:  JP6065193
Application Number: JP19920235252 19920811
Priority Number(s):
IPC Classification: C07C323/25; C08G18/65; G02B1/04
EC Classification:
Equivalents: JP2931161B2

Abstract

PURPOSE:To provide a new compound having a specific structure containing a thioether group, giving a polymer having high refractive index, low dispersion and excellent heat-resistance and useful e.g. as a production raw material for optical product such as lens, prism and optical fiber.

CONSTITUTION:The objective polyisocyanate compound expressed by formula [R1 is H, methyl or ethyl; R2 is alkanetriyl, etc., having one or more CH2 substituted with S; R3 is alkylene (having CH2 substituted with S)] is produced by dissolving diethyl glutaconate, etc., and methyl-3-mercaptopropionate, etc., in tetrahydrofuran, reacting the components by adding tetrabutyl ammonium fluoride, etc., as a catalyst, adding a methanol solution of hydrazine monohydrate to the obtained tricarboxylic acid, reacting the components under heating to obtain an acid hydrazide, adding 1M hydrochloric acid and chloroform to the product, adding sodium nitrite to the mixture under vigorous agitation to effect the reaction, separating the chloroform phase containing an acid azide and subjecting to decomposition rearrangement reaction under heating.

Data supplied from the esp@cenet database - I2

(19)日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11)特許出願公開番号

特開平6-65193

(43)公開日 平成6年(1994)3月8日

(51)Int.Cl. ⁵	識別記号	庁内整理番号	FI	技術表示箇所
C 0 7 C 323/25		7419-4H		
C 0 8 G 18/65	NEU	8620-4J		
G 0 2 B 1/04		7132-2K		

審査請求 未請求 請求項の数4(全 9 頁)

(21)出願番号 特願平4-235252

(22)出願日 平成4年(1992)8月11日

(71)出願人 000113263

ホーヤ株式会社

東京都新宿区中落合2丁目7番5号

(72)発明者 北原 義孝

東京都新宿区中落合2丁目7番5号 ホーヤ株式会社内

(72)発明者 大久保 毅

東京都新宿区中落合2丁目7番5号 ホーヤ株式会社内

(72)発明者 岡田 禮介

東京都新宿区中落合2丁目7番5号 ホーヤ株式会社内

(54)【発明の名称】 ポリイソシアネート化合物、それを用いて得られた光学材料及び光学製品

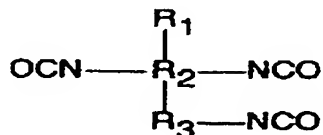
(57)【要約】

る光学材料及び光学製品。

【目的】 高屈折率低分散で、耐熱性にも優れた重合体となるようなポリイソシアネート化合物及び、その化合物を原料とした光学材料を提供することである。

【構成】 一般式(Ⅰ)で示されるポリイソシアネート化合物

【化1】

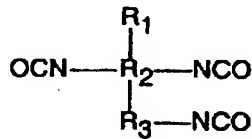


(式中、R₁ は水素、メチル、エチル、R₂ は硫黄置換されたアルカントリイル、アルカンテトライル、R₃ はアルキレンである。)及び、上記一般式(Ⅰ)で示されるポリイソシアネート化合物と、一分子内に二つ以上のヒドロキシル基を有する化合物、一分子内に二つ以上のメルカプト基を有する化合物または一分子内に一つ以上のヒドロキシル基と一つ以上のメルカプト基を有する化合物とを重合させることにより得られることを特徴とす

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 一般式 (I) で示されることを特徴とするポリイソシアネート化合物。

【化 1】



ただし、式中、

R₁ は、水素原子、メチル基、エチル基のうちの一種であり、

R₂ は、R₁ が水素原子の場合は、アルカントリイル基中の少なくとも一個以上のメチレン基が硫黄原子で置換されている基であり、R₁ がメチル基又はエチル基の場合は、アルカンテトライル基中の少なくとも一個以上のメチレン基が硫黄原子で置換されている基であり、

R₃ は、アルキレン基又はアルキレン基中のメチレン基が硫黄原子で置換されている基であり、

R₁ 及び R₃ はそれぞれ R₂ を構成する基の炭素原子と任意に結合できる。

【請求項 2】 請求項 1 に記載のポリイソシアネート化合物 (a₁) を少なくとも含む成分 (A) と、一分子内に二つ以上のヒドロキシル基を有する化合物 (b₁)、一分子内に二つ以上のメルカプト基を有する化合物 (b₂) 及び一分子内に一つ以上のヒドロキシル基と一つ以上のメルカプト基を有する化合物 (b₃) のうちの少なくとも一種を含む成分 (B) とを含む混合物を重合させることにより得られることを特徴とする光学材料。

【請求項 3】 請求項 2 に記載の光学材料を使用したことを特徴とする光学製品。

【請求項 4】 光学製品がプラスチックレンズであることを特徴とする請求項 3 に記載の光学製品。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】 本発明はポリイソシアネート化合物、それを用いて得られた光学材料及び光学製品に関する。本発明のポリイソシアネート化合物は例えば光学用プラスチックレンズ材料の有用な原料として用いられる。また、上記ポリイソシアネート化合物を用いて得られた本発明の光学材料は、高屈折率低分散で、光学的特性に優れており、レンズ、プリズム、光ファイバー、記録媒体用基板、フィルターなどの光学製品に好ましく用いられる。さらに、高屈折率の特徴を生かした、グラス、花ビン等の装飾品も、ここでいう光学製品に含まれる。

【0002】

【従来の技術】 従来、高屈折率プラスチックレンズ用樹脂として、特開平 2-153302 号公報に硫黄原子を含有したポリイソシアネートを用いた重合体 (樹脂) が

記載されている。この公報によれば、硫黄原子を含有する二官能ポリイソシアネートと、ポリオール又はポリチオールとを反応させることにより重合体 (樹脂) が得られ、プラスチックレンズとして好ましく用いることができることが記載されている。

【0003】

【発明が解決しようとする課題】 しかしながら、前記特開平 2-153302 号公報に記載の硫黄原子を含有する二官能ポリイソシアネート化合物は、イソシアネート基が二つであるために、このイソシアネート化合物と、ポリオール又はポリチオールとを反応させることにより得られる重合体 (樹脂) は、屈折率は高くなるものの、耐熱性の面からは必ずしも満足のいくものではなかった。

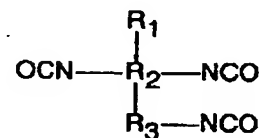
【0004】 そこで、本発明は上記欠点を解消するためになされたものであり、本発明の目的は、得られる重合体 (樹脂) が、高屈折率低分散で、かつ、耐熱性にも優れたものとなるような新規なポリイソシアネート化合物を提供するものである。さらに、この新規なポリイソシアネート化合物を原料とした光学材料及び光学製品を提供することにある。

【0005】

【課題を解決するための手段】 本発明は、上記の目的を達成するためになされたものであり、本発明の新規なポリイソシアネート化合物は一般式 (I) に示されることを特徴とする。

【0006】

【化 2】



【0007】 ただし、式中、R₁ は、水素原子、メチル基、エチル基のうちの一種であり、R₂ は、R₁ が水素原子の場合は、アルカントリイル基中の少なくとも一個以上のメチレン基が硫黄原子で置換されている基であり、R₁ がメチル基又はエチル基の場合は、アルカンテトライル基中の少なくとも一個以上のメチレン基が硫黄原子で置換されている基であり、R₃ は、アルキレン基又はアルキレン基中のメチレン基が硫黄原子で置換されている基であり、R₁ 及び R₃ はそれぞれ R₂ を構成する基の炭素原子と任意に結合できる。

【0008】 また、本発明の新規な光学材料は、上記一般式 (I) で示されるポリイソシアネート化合物

(a₁) を少なくとも含む成分 (A) と、一分子内に二つ以上のヒドロキシル基を有する化合物 (b₁)、一分子内に二つ以上のメルカプト基を有する化合物 (b₂) 及び一分子内に一つ以上のヒドロキシル基と一つ以上のメルカプト基を有する化合物 (b₃) のうちの少なくとも

も一種を含む成分(B)とを含む混合物を重合させることにより得られることを特徴とする。

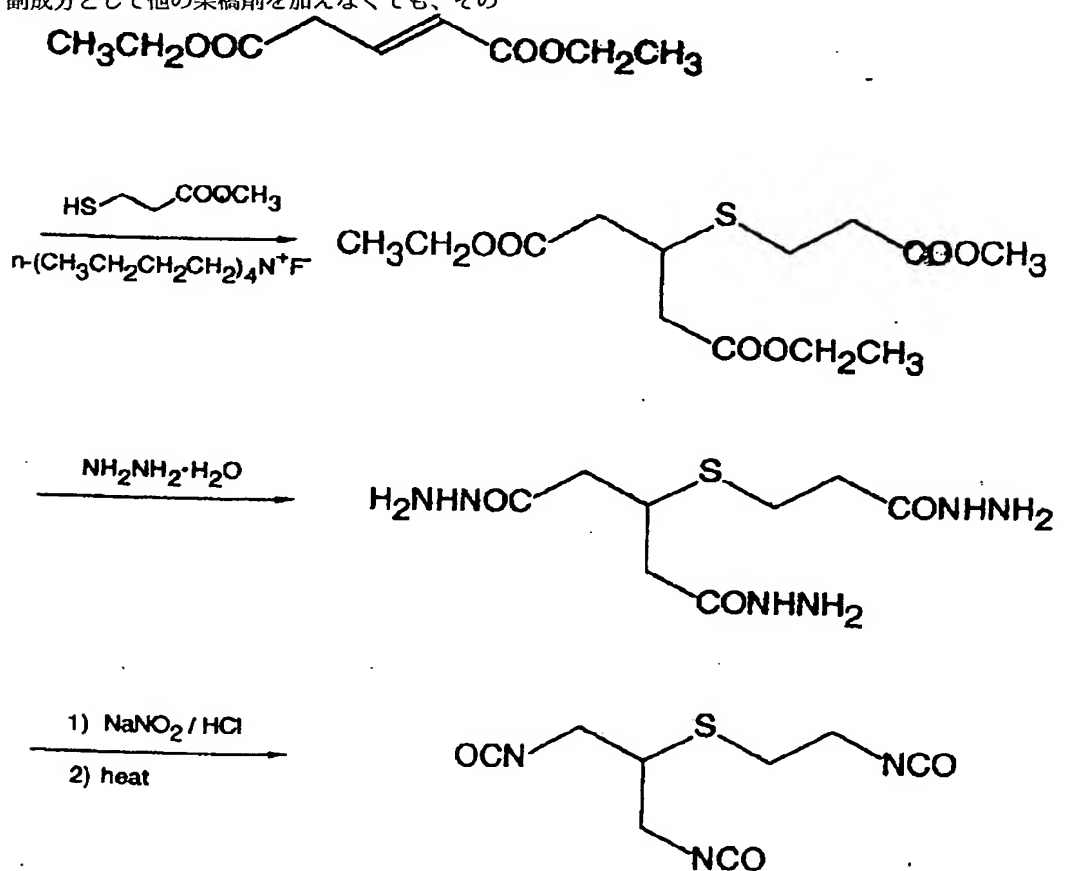
【0009】以下、本発明を詳細に説明する。本発明の新規ポリイソシアネート化合物は硫黄原子を含む脂肪族鎖を基本骨格とし、さらに3つのイソシアネート基を有することを特徴としている。このように硫黄原子を基本骨格に含むことにより、ポリイソシアネート化合物自体の屈折率及びアッペ数が高められるので、このポリイソシアネート化合物を用いて光学材料を製造した場合に、その光学材料の屈折率及びアッペ数をも高める。また、このポリイソシアネート化合物は、3つのイソシアネート基を有することから、それ自体架橋剤となるため、このポリイソシアネート化合物を用いて光学材料を製造した場合、副成分として他の架橋剤を加えなくても、その

光学材料に高耐熱性、高耐溶剤性、優れた機械的物性を与える。さらに、架橋剤を使用しない場合、歪みの無い優れた光学物性をその光学材料に与える。本発明は、以上の通り、架橋剤の使用を要しないことが特徴の一つであるが、任意成分としてこれを使用することを妨げるものではない。

【0010】本発明のポリイソシアネート化合物は、一般式(1)において R_1 が水素原子、 R_2 が、3-チア-1,2,5-ペンタントリイル基、 R_3 がメチレン基で、その R_3 が R_2 の2位に結合する場合、次式に示される方法により合成することができる。

【0011】

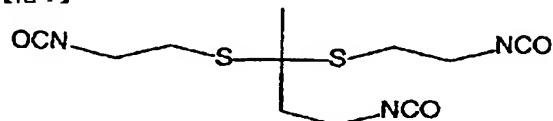
【化3】



【0012】上記で得られる化合物以外の一般式(1)のポリイソシアネート化合物として、次に示すような化合物がある。

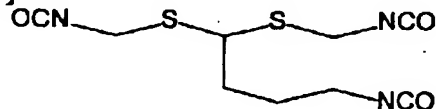
【0013】

【化4】



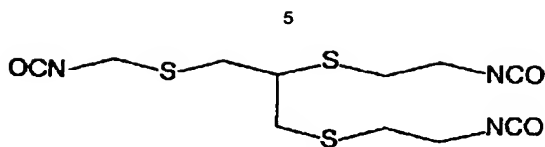
【0014】

【化5】



【0015】

【化6】



【0016】次に一般式(I)のポリイソシアネート化合物を用いて得られる本発明の光学材料について述べると、この光学材料は、一般式(I)で示されたポリイソシアネート化合物(a₁)を少なくとも含む成分(A)と、一分子内に二つ以上のヒドロキシル基を有する化合物(b₁)、一分子内に二つ以上のメルカプト基を有する化合物(b₂)及び一分子内に一つ以上のヒドロキシル基と一つ以上のメルカプト基を有する化合物(b₃)のうちの少なくとも一種を含む成分(B)とを含む混合物を重合反応させることにより得られる。ここに成分(A)中の一般式(I)の化合物(a₁)については、既に詳述したので、その説明を省略する。

【0017】成分(A)には、光学材料の物性等を適宜改良するために、一般式(I)で示される化合物以外に、一分子内に二つ以上のイソ(チオ)シアネート基を有する化合物を一種もしくは二種以上含んでもよい。これらの化合物としては、具体的にはキシリレンジイソ(チオ)シアネート、ヘキサメチレンジイソ(チオ)シアネート、1,4-ジイソ(チオ)シアネートブタン、イソフォロンジイソ(チオ)シアネート、1,3-ジイソ(チオ)シアネートメチルシクロヘキサン、イソ(チオ)シアネートメチルスルフィド、2-イソ(チオ)シアネートエチルスルフィド、1,3,5-トリイソ(チオ)シアネートメチルシクロヘキサン等が挙げられる。なお、上記イソ(チオ)シアネートとは、イソシアネートとイソチオシアネートの両者を、また、イソ(チオ)シアネート基とは、イソシアネート基とイソチオシアネート基の両者を意味する。一般式(I)で示される化合物の使用量は、成分(A)の総量に対して、0.1~100mol%であり、好ましくは5~100mol%である。

【0018】成分(B)に使用されるヒドロキシ基含有化合物(b₁)としては、具体的にはエチレングリコール、トリメチロールプロパン、グリセリン、ジヒドロキシベンゼン、カテコール、4,4'-ジヒドロキシフェニルスルフィド、2-ヒドロキシエチルスルフィド等が挙げられる。また成分(B)に使用されるメルカプト基含有化合物(b₂)としては、1,2-エタンジチオール、1,3-プロパンジチオール、テトラキスメルカプトメチルメタン、ペンタエリスリトールテトラキスメルカプトプロピオネート、ペンタエリスリトールテトラキスメルカプトアセテート、2,5-ジメルカプトメチル-1,4-ジチアン、1,2-ベンゼンジチオール、1,3-ベンゼンジチオール、1,4-ベンゼンジチオール、1,3,5-ベンゼントリチオール、1,2-ジメルカプトメチルベンゼン、1,3-ジメルカプトメチ

ルベンゼン、1,4-ジメルカプトメチルベンゼン、1,3,5-トリメルカプトメチルベンゼン、トルエン-3,4-ジチオール、トリス(3-メルカプトプロピル)イソシアヌレート等が挙げられる。

【0019】また、成分(B)に使用されるヒドロキシ基及びメルカプト基含有化合物(b₃)としては、2-メルカプトエタノール、2,3-ジメルカプトプロパノール、1,2-ジヒドロキシ-3-メルカプトプロパン、4-メルカプトフェノール等が挙げられる。

【0020】成分(A)と成分(B)の使用割合(成分(A)/成分(B))は、(イソ(チオ)シアネート基)/(メルカプト基+ヒドロキシ基)の比率が0.95~1.05の範囲内であるのが好ましい。さらに、耐候性改良のため、紫外線吸収剤、酸化防止剤、着色防止剤、蛍光染料などの添加剤を適宜加えてもよい。また、重合反応性向上のための触媒を適宜使用してもよく、有機スズ化合物、アミン化合物などが効果的である。

【0021】一例として本発明のポリイソシアネート化合物を用いた本発明の光学材料の製造について述べると以下の通りである。上記成分(A)、成分(B)及び添加剤や触媒の均一混合物を公知の注型重合法、すなわちガラス製または金属製のモールドと樹脂製のガasketを組み合わせた型の中に注入し、加熱して硬化させる。この時、成形後の樹脂の取り出しを容易にするためにあらかじめモールドを離型処理したり、成分(A)及び成分(B)等の混合物中に離型剤を混合してもよい。重合温度は、使用する化合物により異なるが、一般には-20~+150℃で、重合時間は0.5~72時間である。本発明の光学材料は通常の分散染料を用い、水もしくは有機溶媒中で容易に染色が可能であり、この際さらに染色を容易にするために、キャリアーを加えたり加熱してもよい。このようにして得られた光学材料は、これに限定されるものではないが、プラスチックレンズとして特に好ましく用いられる。

【0022】

【実施例】以下、実施例により本発明を具体的に説明するが、本発明はこれらの実施例に限定されるものではない。

(物性の評価) 実施例及び比較例において得られたポリイソシアネート化合物及びその光学材料(重合体)の物性評価は以下の様に行った。

屈折率(n_D)とアッペ数(v_D)

アタゴ社製アッペ屈折率計3Tを用いて20℃にて測定した。

外観

肉眼により観察した。

耐候性

サンシャインカーボンアークランプを装備したウエザーメーターにレンズ(光学材料を用いた光学製品)をセットし200時間経過したところでレンズを取り出し、試

験前のレンズと色相を比較した。評価基準は変化なし(○)、わずかに黄変(△)、黄変(×)とした。

耐熱性

東洋精機製作所製動的粘弾性測定装置により、静的張力100g、周波数10kHzで動的粘弾性の測定を行い、2℃/minの昇温により得られた弾性率のチャートの降下点の温度により評価した。

光学歪

シュリーレン法による目視観察を行った。歪のないものを○、歪のあるものを×とした。

【0023】(実施例1)

本発明のポリイソシアネート化合物である1, 5-ジイソシアネート-2-イソシアネートメチル-3-チアペンタン(一般式(I)においてR₁が水素原子、R₂が3-チア-1, 2, 5-ペンタントリイル基、R₃がメチレン基で、そのR₃がR₂の2位に結合する場合)の製造例

ジエチルグルタコネート93.1g(0.5mol)、メチル-3-メルカプトプロピオネート60.1g(0.5mol)及びテトラヒドロフラン200mlの混合物に触媒としてテトラブチルアンモニウムフルオリド6.54g(0.025mol)を加え2時間還流撹拌した。その反応混合物に大量の水を加え、生成物をベンゼンで抽出し、抽出液を5wt%水酸化ナトリウム水溶液及び水で洗浄後、無水硫酸マグネシウムで乾燥した。このベンゼン溶液をろ過し、得られたろ液中のベンゼンを減圧下で留去した後、残査を減圧蒸留し、137~138℃/0.03mmHgの留分116.7g(収率67%)を回収した。

【0024】これを100mlのメタノールに溶解し、ヒドラジン-水和物171.6g(3.4mol)のメタノール溶液(700ml)に滴下し、70℃で6時間撹拌した。撹拌中に析出してきた固形物をろ取し、その固形物をメタノール-水から再結晶し、析出した結晶をろ取後、減圧乾燥することにより、酸ヒドラジド66.7g(収率63.0%)を得た。

【0025】得られた酸ヒドラジド66.7g(0.24mol)を1M塩酸1200mlに溶解し、その溶液にクロロホルム300mlを混合した。その混合溶液を激しく撹拌しながら、亜硝酸ナトリウム49.7g(0.72mol)を5℃で加え、その温度で30分間撹拌した。撹拌を止めると水相と有機相(クロロホルム相)が分離したので、有機相を分取し、水洗した後、無水硫酸マグネシウムで乾燥した。このクロロホルム溶液をろ過し、ろ液を50℃に加熱した。2時間後、窒素の発生がなくなったので、クロロホルムを留去し、残査を分子蒸留にて精製した後、無色の液体15.9g(酸ヒドラジドからの収率27.8%)を得た。このものは、IRスペクトル及び¹H-NMRスペクトルにより、目的物質のポリイソシアネート化合物であることがわかった。この新規ポリイソシアネート化合物のIRスペクトルを図1に、¹H-NMRスペクトルを図2に示す。

【0026】(実施例2)

本発明の光学製品の製造例

実施例1で得られた1, 5-ジイソシアネート-2-イソシアネートメチル-3-チアペンタン(表1~3中でSTI-1と表示)0.08mol、2, 5-ジメルカプトメチル-1, 4-ジチアン(表1~3中でDMMDと表示)0.12mol及びジブチルスズジラウレート(表1~3中でDBTDLと表示)1.2×10⁻⁵molの混合物を均一に撹拌し、二枚のレンズ成形用ガラス型に注入し、50℃で10時間、その後60℃で5時間、さらに120℃で3時間加熱重合させプラスチックレンズを得た。得られたプラスチックレンズの諸物性を表1~3に示す。表1~3から、本実施例2の重合体は無色透明であり、屈折率(n_D)は1.66と非常に高く、アッペ数(v_D)も36と高い(低分散)のものであり、耐候性、耐熱性(130℃)に優れ、光学歪の無いものであった。

【0027】

【表1】

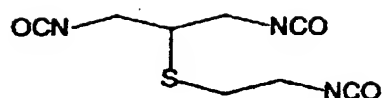
実施例	成分 (A) (mol)	成分 (B) (mol)	触媒 (mol)	n_D / ν_D	外観	耐熱性 (°C)	耐候性	光学歪
2	SIT-1 (0.08)	DMMD (0.12)	DBTDL (1.2×10^{-5})	1.66/36	無色透明	130	○	○
3	SIT-1 (0.08)	PETMP (0.06)	"	1.64/39	"	112	○	○
4	SIT-1 (0.08)	MES (0.09) DMMCH (0.03)	"	1.63/41	"	120	○	○
5	SIT-2 (0.08)	DMMD (0.10) TG (0.02)	"	1.64/36	"	127	○	○
6	SIT-3 (0.08)	DMMD (0.12)	"	1.67/35	"	136	○	○
7	SIT-4 (0.08)	MES (0.12)	"	1.65/36	"	113	○	○
8	SIT-1 (0.06) DIB (0.03)	DMMD (0.12)	"	1.65/35	"	118	○	○
9	SIT-2 (0.06) IMS (0.03)	DMMCH (0.12)	"	1.63/38	"	142	○	○
10	SIT-4 (0.07) DICH (0.015)	DMMD (0.12)	"	1.67/36	"	139	○	○
比較例	成分 (A) (mol)	成分 (B) (mol)	触媒 (mol)	n_D / ν_D	外観	耐熱性 (°C)	耐候性	光学歪
1	XDI (0.12)	PETMP (0.06)	DBTDL (1.2×10^{-5})	1.59/35	無色透明	86	△	○
2	TDI (0.12)	XDT (0.07) PETMA (0.025)	"	1.68/25	黄色	128	×	×
3	IPDI (0.12)	MES (0.12)	"	1.57/40	無色透明	113	○	×
4	IES (0.12)	PETMP (0.06)	"	1.59/38	"	68	○	×

【0028】

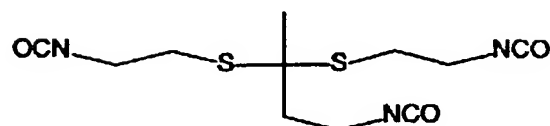
【表2】

11
略号表

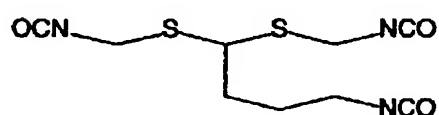
12



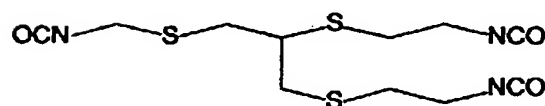
(STI-1)



(STI-2)



(STI-3)



(STI-4)

【0029】

【表3】

略号表

DIB	: 1, 4-ジイソシアネートブタン
IMS	: イソシアネートメチルスルフィド
DICH	: 1, 3-ジイソシアネートメチルシクロヘキサン
XDI	: m-キシリレンジイソシアネート
TDI	: トリレンジイソシアネート
IPDI	: イソフォロンジイソシアネート
IES	: 2-イソシアネートエチルスルフィド
DMMD	: 2, 5-ジメルカプトメチル-1, 4-ジチアン
PETMP	: ペンタエリスリトールテトラキスメルカプトプロピオネート
MES	: 2-メルカプトエチルスルフィド
DMMCH	: 1, 4-ジメルカプトメチルシクロヘキサン
TG	: チオグリセロール
XDT	: m-キシリレンジチオール
PETMA	: ペンタエリスリトールテトラキスメルカプトアセテート
DBTDL	: ジブチルスズジラウレート

【0030】(実施例3~10)

本発明の他の光学製品の製造例

表1~3に示したモノマー組成物を使用した以外は実施例2と同様の操作を行い、プラスチックレンズを得た。これらのプラスチックレンズの諸物性を実施例2の重合体の諸物性と共に表1~3に示す。表1~3から、本実施例3~10のプラスチックレンズは無色透明であり、

屈折率(n_D)は1.63~1.67と非常に高く、アッベ数(v_D)も35~41と高い(低分散)ものであり、耐候性、耐熱性(112~142℃)に優れ、光学歪の無いものであった。

【0031】(比較例1) ペンタエリスリトールテトラキスメルカプトプロピオネート(表1~3中でPETMPと表示) 0.06mol、m-キシリレンジイソシア

ネート（表1～3中でXDIと表示）0.12mol及びジブチルスズジラウレート（表1～3中でDBTDLと表示） 1.2×10^{-5} molの混合物を均一に攪拌し、二枚のレンズ成形用ガラス型に注入し、50℃で10時間、その後60℃で5時間、さらに120℃で3時間加熱重合させプラスチックレンズを得た。得られたプラスチックレンズの諸物性を表1～3に示す。表1～3から、本比較例のプラスチックレンズは無色透明で光学歪も観察されなかったが、 n_D / v_D が1.59/35と低く、耐熱性も86℃と劣っていた。

【0032】（比較例2～4）表1～3に示したモノマ一組成物を使用した以外は比較例1と同様の操作を行い、プラスチックレンズを得た。これらのプラスチックレンズの諸物性を実施例2～10、比較例1の重合体の諸物性と共に表1～3に示した。表1～3から、本比較例2のプラスチックレンズは屈折率が1.68と高く、耐熱性（128℃）にも優れているが黄色に着色しており、アッペ数が低い上に耐候性に劣り、光学歪が観察された。また、本比較例3のプラスチックレンズは、無色透明で、耐熱性（113℃）、耐候性は優れていたが、

【0033】

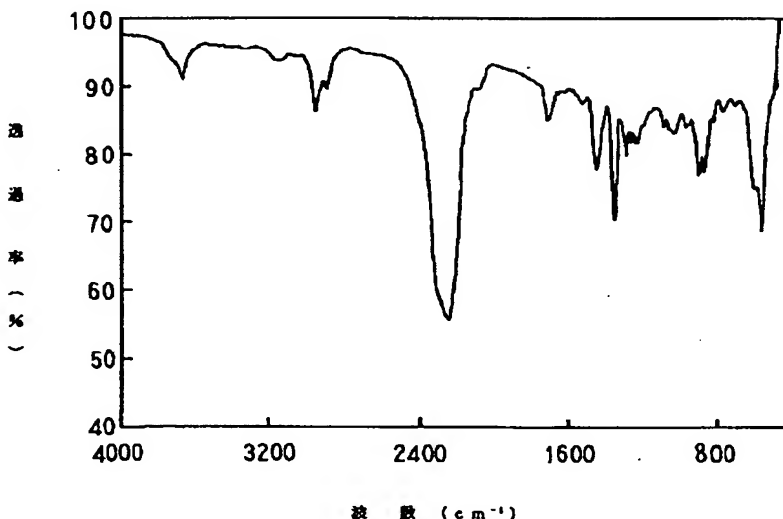
【発明の効果】本発明の新規ポリイソシアネート化合物は、硫黄原子を含む脂肪族鎖を基本骨格としているため屈折率及びアッペ数が高く、三つのイソシアネート基を有し、一分子内に二つ以上のヒドロキシル基を有する化合物、一分子内に二つ以上のメルカプト基を有する化合物及び一分子内に一つ以上のヒドロキシル基と一つ以上のメルカプト基を有する化合物のうちの少なくとも一種と容易に重合反応し光学材料を与える。また、このポリイソシアネート化合物を用いて得られた本発明の光学材料は、硫黄原子を主鎖に含み、さらに架橋されているので、屈折率、アッペ数が高く、耐熱性、耐候性、透明性に優れ、光学歪が見られないため、眼鏡レンズ、カメラレンズ等のレンズ、プリズム、光ファイバー、光ディスク、磁気ディスク等に用いられる記録媒体用基板、フィルターなどの光学製品に好ましく用いられる。さらに、高屈折率の特徴を生かしたガラス、花ビン等の装飾品にも用いられる。

【図面の簡単な説明】

【図1】実施例1で得られたポリイソシアネート化合物のIRスペクトルを示す図。

【図2】実施例1で得られたポリイソシアネート化合物の¹H-NMRスペクトルを示す図。

【図1】



(9)

特開平6-65193

【図2】

